

## METHOD AND DEVICE FOR MANUFACTURING SINGLE CRYSTAL RIBBON

Publication number: JP57071896

Publication date: 1982-05-04

Inventor: TEODOORU EFU SHIZEKU; GUYUNTAA ETSUCHI  
SHIYUBUTSUKE

Applicant: US GOVERNMENT

Classification:

- international: C30B15/24; C30B15/34; C30B29/06; C30B29/64; C30B15/20;  
C30B15/34; C30B29/00; C30B29/06; (IPC1-7): C30B15/34;  
C30B29/00

- European: C30B15/24; C30B15/34

Application number: JP19810130053 19810819

Priority number(s): US19800179919 19800820

Also published as:

US4299648 (A1)  
GB2082472 (A)  
FR2488916 (A1)  
ES8300884 (A)  
DE3132621 (A1)  
CA1172146 (A1)  
IT1139408 (B)

less <<

[View INPADOC patent family](#)

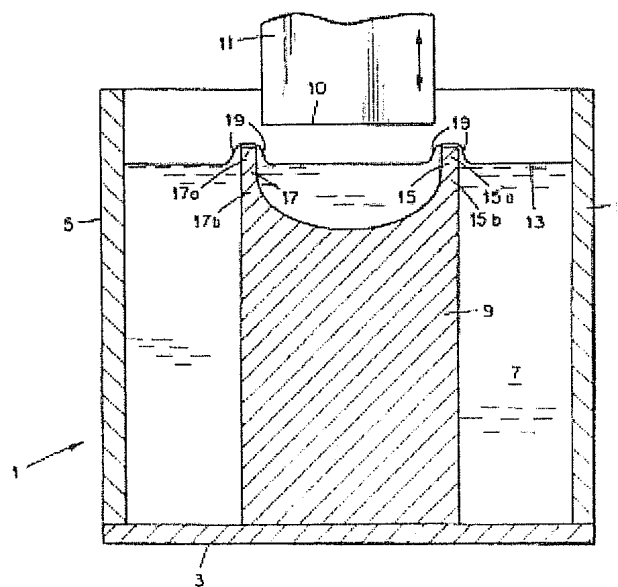
[View list of citing documents](#)

[Report a data error here](#)

Abstract not available for JP57071896

Abstract of corresponding document: **US4299648**

A method and apparatus for drawing a monocrystalline ribbon or web from a melt comprising utilizing a shaping die including at least two elements spaced one from the other each having a portion thereof located below the level of the melt and another portion located above the level of the melt a distance sufficient to form a raised meniscus of melt about the corresponding element.



## ⑫ 公開特許公報 (A)

昭57—71896

⑤ Int. Cl.<sup>3</sup>C 30 B 15/34  
29/00

識別記号

庁内整理番号

6703—4G  
6703—4G

④ 公開 昭和57年(1982)5月4日

発明の数 2

審査請求 未請求

(全 6 頁)

⑤ 単結晶リボンの製造方法および装置

フイス・ボックス1453ミウオク  
・テラス31843

② 特 願 昭56—130053

⑦ 発 明 者 グünter・エツチ・シュブツ  
ケ

③ 出 願 昭56(1981)8月19日

優先権主張 ③ 1980年8月20日 ③ 米国(US)  
③ 179919アメリカ合衆国ニューヨーク州  
12603 ポキプシー・スパー・ウ  
エイ6

⑦ 発 明 者 テオドル・エフ・シゼク

アメリカ合衆国コロラド州8043

⑦ 出 願 人 アメリカ合衆国

9 エバーグリーン・ポスト・オ

⑦ 代 理 人 弁理士 尾股行雄

## 明 細 書

## 1. 発明の名称

単結晶リボンの製造方法および装置

## 2. 特許請求の範囲

1. 少なくとも1本のシードリボンを用いて融体から少なくとも1本の単結晶材料からなるリボンを成長させる方法であつて、

a. 容器内に収容されておりかつ少なくとも2つの互いに隔置された要素をもつ湿潤可能な成形ダイの表面の周囲に前記材料の融体を形成し；

b. 前記各要素の第1の部分は容器内の前記融体のレベルより下方に位置し第2の部分は前記融体レベルの上方でかつ対応する前記要素の回りに少なくとも1組の盛上つた融体メニスカスを形成するのに少なくとも十分な高さに位置するように各要素を融体表面に対して位置せしめ、また、前記シードリボンを前記各要素間に配置できるように各間隔を与えるのに十分な距離を置いて各

(1)

要素を互いに隔置せしめ、

c. 前記成形ダイの各要素の間に少なくとも1本のシードリボンを置き；

d. 少なくとも1本の前記シードリボンをその一端に沿つて前記融体表面と接触せしめ；

e. 少なくとも1本の前記シードリボンを前記融体材料に対して実質的に垂直な方向に引上げ、これによつて少なくとも1本の単結晶リボンを製造する

ことを特徴とする単結晶リボン製造方法。

2. 前記融体材料は半導体材料である特許請求の範囲第1項記載の方法。

3. 前記融体材料はケイ素、ゲルマニウム、サファイヤ、金属間化合物およびガーネットからなる群から選ばれた1つの材料である特許請求の範囲第1項記載の方法。

4. 前記融体材料はケイ素である特許請求の範囲第3項記載の方法。

5. 前記各要素を約1～5 cmの距離を置いて互

(2)

いに隔置する特許請求の範囲第1項記載の方法。

6. 少なくとも1本のシードリボンを用いて融体から少なくとも1本の単結晶材料からなるリボンを成長させる装置であつて、

a. 前記融体材料の容器と、

b. 少なくとも2つの互いに隔置された要素をもつ前記容器内に收容された成形ダイとからなり、

前記各要素は容器内の前記融体のレベルより下方に位置する第1の部分と前記融体レベルの上方でかつ対応する前記要素の回りに盛上つた融体メニスカスを形成するのに少なくとも十分な高さに位置する第2の部分とを有し、また、前記各要素は前記シードリボンを前記各要素間に配置して前記融体と接触できるような間隔を与えるのに十分な距離でかつ成長するリボンの幅を決定する距離を置いて互いに隔置されていることを特徴とする単結晶リボン製造装置。

(3)

ゲルマニウム、金属間化合物、サファイヤ、ガーネット等のごとき材料からなる融体(メルト)から単結晶リボンまたはウェブを引上げる方法と装置に関するものである。

ケイ素のごとき適当な材料の単結晶リボンの成長は、デンドリティック・ウェブ(Dendritic Web)法、ステパノフ(Stepanov)法およびエッジ・デファインド・フィルム・フェッド・グロウス(Edge Defined Film Fed Growth: EFG)法といった種々の方法によつて達成されている。デンドリティック・ウェブ法は、過冷却された融体域中へ下方に成長する薄いデンドライトによりその両端が区切られておりかつリボン-融体界面によりその頂部が区切られている融体メニスカスからのケイ素シートの固化現象を伴うものである。ステパノフ法は、融体と接触する非湿潤性ダイを使用するものであり、このダイがリボン成長のためのメニスカスを形づくる。EFG法においては、毛細管ダイの頂面で液体の薄い溶融域から結晶を成長させる。結晶が成長

(5)

7. 前記要素が円錐形状である特許請求の範囲第6項記載の装置。

8. 前記円錐形要素の先端が前記融体のレベルより上方に位置する特許請求の範囲第7項記載の装置。

9. 前記成形ダイの要素は隔置された各要素の垂直方向位置を調節しうるよう可動的に取付けられている特許請求の範囲第6項記載の装置。

10. 前記成形ダイの要素は隔置された各要素の垂直および水平両方向位置を調節しうるよう可動的に取付けられている特許請求の範囲第6項記載の装置。

11. 前記各要素は約1~5 cmの距離を置いて互いに隔置されている特許請求の範囲第6項記載の装置。

3. 発明の詳細な説明

本発明は、適当な材料の単結晶リボンまたはウェブを製造するための方法と装置に関するものである。さらに詳しくは本発明は、ケイ素、

(4)

するにつれて、ダイ内にあるチャンネルを通つてルツボ内の融体貯めから毛管作用によつて新たな液体が供給される。これらの方法についてのより詳しい検討については、米国特許第4,075,055号を参照のこと。

米国特許第4,000,030号には、単結晶材料を成長させるためのEFG法の代替方法が記載されている。この方法は融体の表面張力を利用し、融体表面上方に伸びる突起の回りに融体の盛上つたメニスカスを形成する。融体メニスカスは突起の断面形状に追従し、引上げられる結晶の形状を制御することができる。

上述した種々の方法は適正なる結晶構造を有するリボンの成長に従来から使用されているが、多くの欠点も有している。デンドリティック・ウェブ法は一定の(111)結晶方位についてのみ限定され、デンドライトの拡散に起因して幅の制御が困難である。さらには、この方法の操作は正確な温度制御を必要とする。その他の前記した方法は、原則としていかなる結晶面

(6)

方位も可能であるが、ダイによる融体の汚染やダイ頂部と固化前線との間の間隔すなわちメニスカス高が小さいことに起因して、かなり損傷された結晶構造を生ずる。

本発明の主要な目的は、融体から少なくとも1本の単結晶リボンまたはウェブを成長させるための新規かつ改良された方法と装置を提供することである。

本発明のもう1つの目的は、融体から少なくとも1本の単結晶半導体リボンまたはウェブを成長させるための新規かつ改良された方法と装置を提供することである。

本発明の他の目的は、実質的に汚染されていない単結晶半導体リボンまたはウェブを融体から成長させるための新規かつ改良された方法と装置を提供することである。

本発明のさらに他の目的は、その幅が約1～5 cmの単結晶リボンまたはウェブを融体から成長させるための新規かつ改良された方法と装置を提供することである。

(7)

するのに少なくとも十分な高さを備えている。各要素間の距離は、シードリボンを配置できる程度の間隔を与えるのに十分なものとする。これらの要素は、リボンの成長開始点となるメニスカスのための縁境界を与えるので、各要素間の距離は、成長させるリボンの幅を決定する。第1図および第2図に示したように、シードリボンは融体レベルと接触するに先立つてメニスカスと接触し、その厚さより大きい幅をもっている。

本発明装置の好ましい実施例においては、各要素は円錐形とし、各円錐形要素の先端は融体のレベルより上方に位置せしめる。

本発明装置のさらに好ましい実施例においては、隔置された要素は移動できるように容器内に取付けて、リボンの成長の幅を変えかつ融体内の各要素の高さを最適に調節できるようにする。

本発明の別な観点である本発明の方法は、容器内の湿潤可能な成形ダイの全表面の周囲に材

(9)

本発明のさらに他の目的は、同一の融体から少なくとも2本の単結晶リボンまたはウェブを同時に成長させるための新規かつ改良された方法と装置を提供することである。

本発明のさらに他の目的は、ケイ素、ゲルマニウム、金属間化合物、サファイヤ、ガーネット等の単結晶リボンまたはウェブを融体から成長させるための新規かつ改良された方法と装置を提供することである。

本発明のその他の目的および新規な特徴は以下の説明から明らかとなる。

上述した目的を達成するために、本発明の装置は、融体容器と、互いに隔置されかつ融体材料により湿潤されうる少なくとも2つの要素を有する成形ダイとから構成されている。これらの要素は、各要素の第1の部分の部分が融体レベルの下方に位置し、第2の部分の部分が融体レベルの上方に位置するように、容器内に置かれている。融体レベルの上方に位置する各部分は、対応する要素の回りに融体の盛上つたメニスカスを形成

(8)

料の融体を形成せしめる工程を有する。この成形ダイは、互いに隔置された少なくとも2つの要素を備え、各要素は、容器内の融体レベルより下方に位置する1つの部分と、融体レベルの上方でかつ対応する要素の回りに融体の盛上つたメニスカスを形成するのに少なくとも十分な高さに位置するもう1つの部分とを有している。各要素間の距離は、少なくとも1つのシードリボンを配置できる程度の間隔を与えるのに十分なものとする。好ましくは、各要素間の距離は1～5 cmとする。シードリボンを隔置された要素の間に置き、一端が融体表面と接するまで降下させる。このシードリボンを融体に対して実質的に垂直な方向に徐々に引上げていくと、融体材料の単結晶リボンが生成する。成長したリボンは、成形ダイの隔置された要素間の距離により決められる幅を有している。容器内の液体レベルは、レベル上方に位置する各要素の部分の高さが変化しないように慣用的方法で融体を補給することによつて、一定に維持される。

(10)

本発明方法の好ましい実施例においては、半導体材料から融体を生成せしめる工程を有している。

本発明方法のさらに好ましい実施例においては、ケイ素、ガーネット、金属間化合物、サファイヤ、ゲルマニウム等の材料からなる融体を生成せしめる工程を有している。最も好ましい融体はケイ素である。

本発明方法のもう1つの好ましい実施例においては、各要素は約1～5 cmの間隔をもたせて融体内に互いに離して置かれる。

本発明の上述したような装置と方法は、前述した従来の結晶成長方法や装置と比較して、いくつかの特有の利点をもたらす。例えば、デンドリティック・ウェブ法と異なり、本発明の装置と方法は、(1)成長させるリボンの結晶方位は、いかなる方位でも可能である；(2)過冷却された融体の温度制御は厳密なものではない；(3)リボンにおいて双晶面を要求しない；(4)成長させるべきリボンに対して幅の制御と安定性を改善で

(11)

側壁5からも隔置されている一組の要素15, 17を有している。要素15は、容器1内の融体7のレベル13のそれぞれ上方および下方に位置する部分15aおよび15bを有している。同様に、要素17は、容器1内の融体7のレベル13のそれぞれ上方および下方に位置する部分17aおよび17bを有している。融体レベル13の上下に位置する部分15a, 17aは、要素15, 17の周囲に融体7の一組の盛上がつたメニスカス19を形成するのに少なくとも十分な高さだけ、融体レベル13の上方に伸びている。要素15と17は、融体7と接触させるためにシードリボン11を配置できる程度の間隔を与えるのに少なくとも十分な距離だけ、互いに隔置されている。図示した成形ダイ9は容器底3と一体となつて伸長しているが、容器底3とは別部材で構成し、容器1に適当に取付けて伸長させるようにしてもよいことは勿論である。さらに、成形ダイ9には要素15, 17と同様な要素をさらに1個以上追加的に設けて

(13)

きる。といった利点を有する。

ステパノフ法、EFG法および米国特許第

4,000,030号の方法と比較すると、本発明の装置と方法の利点は次のように要約することができる：(1)固／液界面とダイ頂部との間の狭いメニスカスを必要とせず、熱的動揺に対する感受性を実質的に低減できる；(2)湿潤可能な隔置された要素をほんの少量しか必要とせず、特にリボンまたはウェブの中心領域の全域下における融体汚染の問題を非常に少なくする；(3)ダイヤモンドからなる湿潤可能な隔置された要素が経済的に使用でき、汚染の問題をさらに少なくする；(4)通常の冷却偏析による精製ができ、かような方法は細い毛管を用いては不可能である。

以下に、好ましい実施例を示す図面を参照して本発明を詳述する。

第1図は、融体7を保持するための容器1を示し、この容器は底3と直立する側壁5を有している。容器底3から垂直に成形ダイ9が伸びており、この成形ダイ9は互いに隔置されかつ

(12)

もよく、この場合には、複数のシードリボン11を用いることによつて同時に複数の単結晶リボンまたはウェブの引上げが可能になる。例えば、互いに隔置した3個の要素を用いれば、2個のシードリボンを使用することによつて同時に2本のウェブを引上げることができる。あるいはまた、三角形の頂点に相当する位置に要素を配置すれば、3個のシードリボンを使用することによつて同時に3本のウェブを引上げることができる。

成形ダイ9は、融体7により湿潤可能な材料ならばいかなる材料からでも作製することができる。融体は隔置された要素15, 17の側部を表面張力により濡らし、凸状すなわち盛上つたメニスカスをこれら隔置された要素15, 17の回りに形成する。成形ダイ9は、生長させる単結晶リボンまたはウェブ材料に依存して、高密度グラフアイト、炭化ケイ素、ダイヤモンド、イリジウムまたはモリブデンからつくることができる。

(14)

本発明の方法によれば、先ず単結晶リボンまたはウェブとして引上げることができる材料を容器1に入れる。かような材料としては例えば、ケイ素、ゲルマニウム、ガーネット、サファイアなどが適している。この融体は慣用的な方法、例えば米国特許第4,000,030号に記載されている方法によつてつくることができる。融体のレベル13は、成形ダイ9の隔置された要素15および17のそれぞれ部分15aおよび17aよりも下方に位置するように維持される。また、融体レベル13における融体7と形成ダイ9との間の表面張力が融体7を盛上げて、隔置された要素15および17のそれぞれ部分15aおよび17aの側部を濡らして各要素の回りに一組の盛上がつたメニスカス19を形成するように、制御された高さに融体7を維持する。

次いで、隔置された要素15および17の間に与えられた間隔内の融体レベル13でシードリボン端部10を融体7と接触させるように、

(15)

29の円錐形部21は、融体27のレベル31よりも上方および下方に位置するそれぞれ部分21aおよび21bを有している。同様に、成形ダイ29の円錐形部23は、融体27のレベル31よりも上方および下方に位置するそれぞれ部分23aおよび23bを有している。円錐形部21および23のそれぞれ部分21aおよび23aは、融体レベル31における融体27と成形ダイ29との間の表面張力が融体27を盛上げて、円錐形部21および23のそれぞれ部分21aおよび23aを濡らして要素21, 23の回りに一組の盛上がつたメニスカス33を形成するように、融体レベル31より上方の高さに維持される。第2図において成形ダイ29は、隔置された要素21, 23を垂直方向および水平方向いずれにも移動しうるように取付けられている。かような可動取付けによつて、成長するリボンの幅を調節できると同時に、融体27内の各要素21, 23の高さを最適化することもできる。勿論、成形ダイ要素29をさ

(17)

シードリボン11を降下させる。シードリボン11を融体7に対して実質的に垂直な方向に引上げることによつて、融体レベル13との接触位置からシードリボン11を徐々に引上げる。この引上げ操作はいかなる慣用的機構によつても行なうことができる。引上げ機構の詳細については、米国特許第4,075,055号を参照されたい。融体7から引上げられる単結晶リボンまたはウェブの幅は、要素17と15との間の距離によつて決められる。通常、これら要素は約1~5cmの距離をもたせて互いに隔置されている。

第2図は、別な構成の成形ダイを用いた第1図と同様な図面を示すものである。第2図においては、融体27を入れる容器20は底24と側壁22とを有している。円錐形部21, 23を有する一組の成形ダイ要素29が融体27内に伸びている。成形ダイ要素29は、シードリボン25を配置できる程度の間隔を与えるに十分な距離だけ互いに隔置されている。成形ダイ

(16)

らに追加的に用い、複数のシードリボン25を使用することによつて、複数の単結晶ウェブまたはリボンを同時に引上げることも可能である。

第3図は、第2図と同じ実施例の斜視図であり、各構成部分の参照番号は第2図と同じにした。従つて第3図についての詳細な説明は必要ないと思う。

特定の理論に限定されるものではないが、本発明は、(1)融体内で要求される成形ダイの容積を低減させたこと、および(2)シードリボンまたはウェブの中央域下方の成形ダイと融体との間の接触域を最小としたことによつて、従来技術における汚染および方位の問題を実質的に克服することができるのである。

上述した本発明の好ましい実施例についての記述は説明のためのものであつて、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。特許請求の範囲内で各種の変形や変更が可能であることは当業者にとつて明らかであろう。

(18)

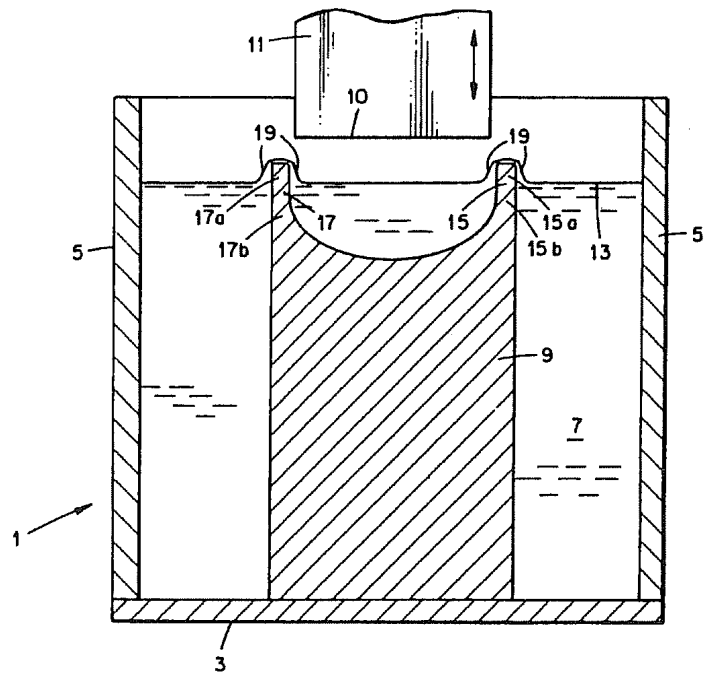
## 4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明の好ましい実施例を示す装置の断面図、第2図は本発明の別な好ましい実施例を示す装置の断面図、および第3図は第2図の斜視図である。

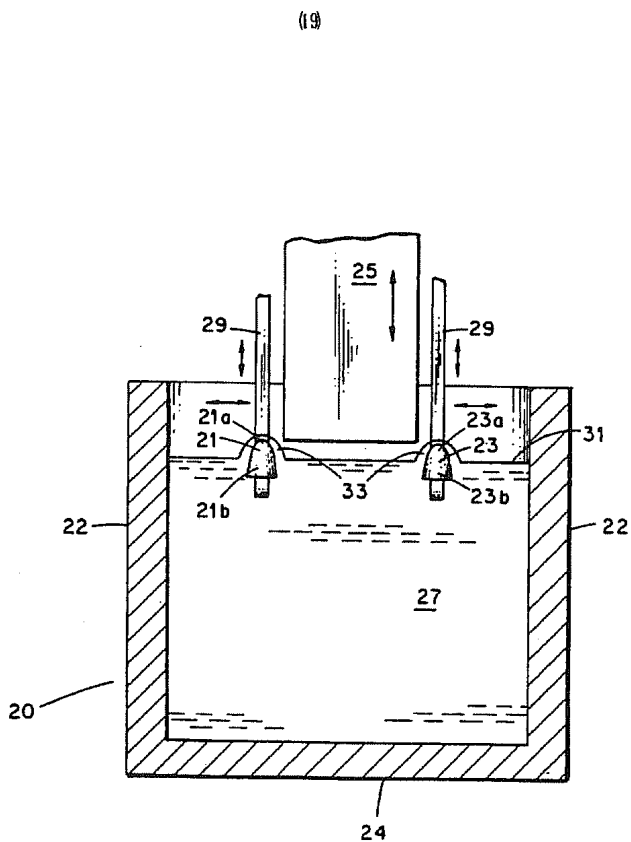
1, 20... 融体容器、7, 27... 融体、9, 29... 成形ダイ、11, 25... シードリボン、13, 31... 融体レベル、15, 17, 21, 23... 成形ダイの要素、15a, 17a, 21a, 23a... 融体レベル上方にある成形ダイ要素の部分、15b, 17b, 21b, 23b... 融体レベル下方にある成形ダイ要素の部分、19, 33... メニスカス。

特許出願人 アメリカ合衆国

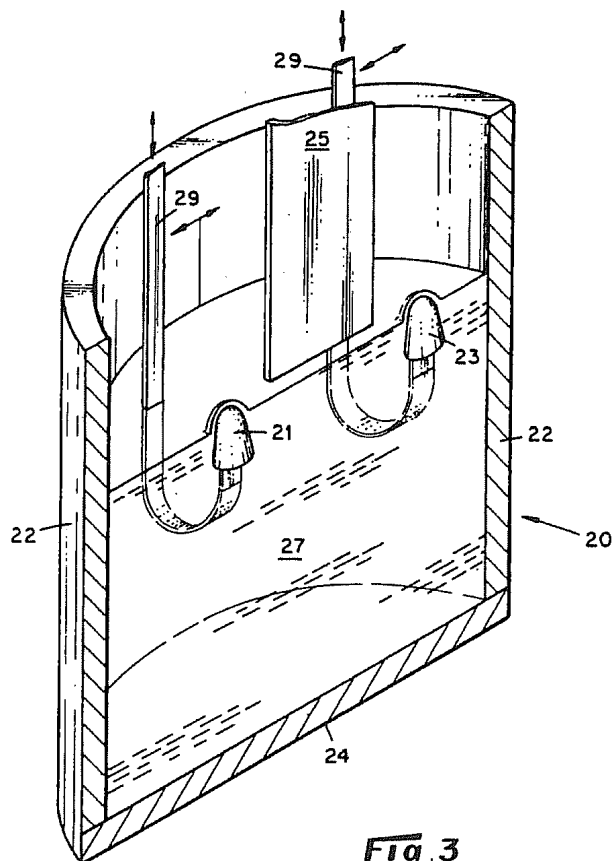
代理人 尾 股 行 雄



**Fig. 1**



**Fig. 2**



**Fig. 3**